

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

JP-A-2001-098220

L6 ANSWER 1 OF 1 WPIDS (C) 2003 THOMSON DERWENT

AN 2001-477873 [52] WPIDS

DNC C2001-143408

TI Photocatalyst coating for nitrogen oxide removal in air, comprises semiconductor oxide activated by visible rays and stabilized by oxygen defect and an organic polysiloxane.

DC A26 A82 D15 E32 G02 L01 L03 M13

PA (KANK-N) KANKYO DEVISE KENKYUSHO YG

CYC 1

PI JP 2001098220 A 20010410 (200152)* 8p <---

ADT JP 2001098220 A JP 1999-275289 19990928

PRAI JP 1999-275289 19990928

AN 2001-477873 [52] WPIDS

AB JP2001098220 A UPAB: 20010914

NOVELTY - Photocatalyst coating, consists of an organic polysiloxane and a photocatalyst particle.

The photocatalyst particle is semiconductor oxide stabilized by oxygen defect, and activated by visible rays.

DETAILED DESCRIPTION - An INDEPENDENT CLAIM is also included for goods, obtained by coating a base material surface with photocatalyst coat.

USE - For coating base material such as outer wall surface of a building, a roof outer surface, inner or outer surface of window glass, the wall surface of a chamber, floor or ceiling surface, blind, curtain, protection wall of a road, the inner wall of a tunnel, the outer surface of a floodlight or a reflecting surface, the internal equipment surface of a vehicle, mirror surface to form goods having nitrogen oxide removal capacity in air (claimed).

ADVANTAGE - The coating contains photocatalyst which can use visible rays when compared to conventional coatings.

(5)

せ、このプラズマに酸化性半導体を所定時間暴露することで行うことができる。希ガス顕像素として、例えば、ヘリウム、ネオン、アルゴン、クリプトン、セシウム、ラジウムを挙げることができるが、入手が容易であるという観点からはヘリウム、ネオン、アルゴン等であることが好ましい。

【0022】上記成状態は、例えば10トル以下であることができ、2トル以下であることもできる。電極の出力は、処理して適宜決定できる。水素がプラズマの発生状態を考慮して適宜決定できる。水素がプラズマの発生状態を考慮して適宜決定できる。また、酸化物半導体の水素プラズマまたは希ガス類元素プラズマへの暴露時間は、酸化物半導体中に導入される酸欠欠陥量を考慮して適宜決定する。

【0023】酸化半導体から光触媒を製造する方法は、プラズマ処理系内への大気の入りが実質的にない状態で、プラズマ処理系内への大気の入りが実質的にない状態と、密閉された反応容器を1トール変化するに少なくとも10分を要する状態を意味する。大気の入りが少ない程、酸化半導体への酸素大気の入りは容易になる。

【0024】また、上記水素プラズマは、所望により、水素以外に他のガスを含むこともでき、そのようなガスとして例えば、希ガス類元素を挙げることができる。本発明の他の製造方法では、水素プラズマまたは希ガス類元素希ガスプラズマを用いられ、酸化物半導体・絶縁体層を堆入することができ、例えば、水素プラズマに対する希ガス類元素の共存は酸化物半導体・絶縁体層の堆入に必須ではない。また、希

[illegible]

【0025】酸化物半導体から光吸収は、酸化物半導体
を注入する量の少なくとも一部に、希ガスを元素イオンをイオ
ン注入法は、半導体膜で用いられている方法及び装置
を用いて行うことができる。尚、イオン注入の条件は、
注入すべき希ガスを元素イオン量の量及び酸化物半導体の
種類等により適切に決定できる。尚、希ガスを元素として
、例えば、ベリウム、ネオン、アルゴン、タイプ
、キセノン、ラドンを挙げることができるが、入手が
易であるという観点からはベリウム、ネオン、アルゴ
ン等であることが好ましい。尚、上記方法以外に、酸化
物半導体から光吸収は、酸化物半導体の表面に塗布した
UVB以下の波長の紫外線を照射することでも作製す
ることができる。

0026] さらに、上記光電管は、酸化物半導体を其下、加熱する方法によって、作ることができる。

例えば、二酸化チタンを高真空下で、加熱処理すること、または高真空下で、加熱元素を還元することにより、酸素欠陥が形成され、可視光吸収を起すことは知られている。しかもに、これら酸素欠陥を有する二酸化チタンが可視光照射下で活性を有する根拠であることは知られていない。上記製法は、例えば、アナターゼ型二酸化チタンを1.1μ以下以下の真空下、400℃以上に加熱する方法であることができる。処理時間は、真空度及び温度により適宜決定できるが、1トールの真空下、400℃での処理では30分～1時間であることができる。

10027) 前述のようにシアナタラゼ型二酸化チタンを水素プラズマや希ガス類元素プラズマ処理したものあるいはイオン注入したものは、安定した酸媒欠陥を有し、可視光照射下で活性を有する酸媒となるが、ハルゲン型二酸化チタン、酸化ジルコニウム、酸化ハフニウム、チタン酸ストロンチウム等も、実施例に示すように、水素プラズマや希ガス類元素プラズマ処理あるいはイオン注入することで、可視光照射下で活性を有する酸媒となる。酸化ジルコニウムは、半導体であるがバンドギャップが大きく、実用レベルの光酸媒としては機能しないと考えられていた。ところが、上記製造方法により水素プラズマや希ガス類元素プラズマ処理あるいはイオン注入すると、可視光照射下で活性を有する酸媒となることが判明した。

【0028】水素プラズマや希ガス類イオン化プラズマ処理
 あるいはイオン注入による酸化ジルコニウムは、ESCA
 による表面分析の結果、微量の酸化ジルコニウムと酸素
 大塊の生成が認められた。ルチル型二酸化チタンは、紫
 外光照射下では光触媒としての機能はあるが、 γ - Fe_2O_3 型
 に活性が比べて劣るために光触媒として使用された実績
 はない。しかし、上記製造方法により水素プラズマや希
 ガス類イオン化プラズマ処理する、可
 視光照射下でも活性を有する触媒となることが判明し
 た。酸化ハフニウムやチタン酸ストロンチウムも、従来
 は可視光照射下の活性は知られていないが、安定な酸
 素大塊を有する触媒では、可視光照射下の活性が確認
 された。

【0029】本発明のコーティングに使用する有機ポリシロキサン化合物の重縮合物について以下に説明する。

有機物として公知の物質であり、例えば、伸縮率 6-116 4334 号公報、伸縮率 8-67835 号公報、伸縮率 8-155308 号公報、伸縮率 10-66830 号公報、特許第 2756474 号等に記載のものをもそのまゝ使用することができる。有機ポリシロキサン化合物は、有機珪素化合物を加水分解物であるが、有機珪素化合物としては、アルキル基及びアルコキシ基を有するものを挙げることができ、アルキル基及びアルコキシ基を有する有機珪素化合物を加水分解物と公知であり、例えば $\text{R}_3\text{Si}(\text{OR})_2$ 4-m で表される有機珪素化合物を加水分解す

(5)

ることにより得られる。R1及びR2は、それぞれ、例えば、炭素数1~8の飽和アルキル基であることができ、得られるコーティング層の厚さを考慮すると、R1は炭素数1~3の低級アルキル基、好ましくはメチル基であることが適当である。上記式中のnは、0~20の整数であり、具体的には、少なくともnが1及びnの有機硅誘導化合物の添加水分解と重合とを繰り返して得られることが原知電等では考慮される。R3は、例えば、炭素数1~8の飽和アルキル基であることができ、得られるコーティング層の厚さを考慮すると、R3は炭素数1~3の低級アルキル基、好ましくはメチル基であることが適当である。上記式中のmは、0~20の整数であり、具体的には、少なくともmが1及びmの有機硅誘導化合物の添加水分解と重合とを繰り返して得られることが原知電等では考慮される。

[illegible][illegible]

0.31] コーディングの良好な程度と平滑性を確保するためには、3次元架橋型シロキサンを10モル%以上とさせるのが好ましく、全量を3次元架橋型シロキサンとする 것도できる。更に、良好な程度と平滑性を確保しながら強度の充分な可塑性を確保するために、2次元架橋型シロキサンを60モル%以下含有させるのが好ましい。尚、シロキサン結合を有する有機ポリシロキサン化合物に替えて、シラザン結合を有するオルガノポリザン化合物を使用することも可能である。

【0032】本発明のコーティングは、上記有機遷移性化合物の加水分解物である有機ポリシロキサン化合物及び紫外光硬化性化合物を混合し、焼固とした後、有機ポリシロキサン化合物を少なくとも部分のために重合させることができる。ここで得ることができる。重合のための重合条件は、有機ポリシロキサン化合物の種類の種類や含有量、さらにはコーティングを施す基材の面特性等を考慮して適宜決定される。例えば、50~250℃の焼固とすることができる。本発明のコーティングにおいて、有機ポリシロキサン化合物の重合割合と硬化物半導体粒子との重量比は、例えば5:1~95:1の範囲とすることができる。但し、膜の強度や機械的耐久性を考慮すると、上記範囲は、30:70~30:700の範囲であることが適当である。本発明のコーティングの成分は特に制限はなく、高い防蝕効果を得るという観点からは、例えば、5~20 μm の焼固とすることが適当である。

【0033】本発明のコーティングは、上記成分以外に、コロイド状態酸化物をさらに含有させることができ、コロイド状態酸化物はコロイド状シリカを挙げることができる。コロイド状態酸化物は、微粒子である、たとえばコーティングの表面積を高く(多孔性に富む)、光線である酸化物半導体粒子と相反反応物の接触頻度を高めることができる。本発明のコーティングは、さらに吸剤をさらに含有することもできる。吸剤としては、例えば、ゼオライト及び活性炭を挙げることができる。これらに限定されるものではない、コーティングの光触媒性を向上させることができる。

00341 本発明は、上記本発明のコーティングを基
 表面に形成したことを特徴とする物品に関する。基材は、堤
 湖、河川若しくは湖等の堰壁、防波堤若しくは構造
 物若しくは格納等の堰脚外面、建設物の外壁面、透
 水面以上と、窓ガラス外面若しくは窓ガラス内面、部
 壁面、床面若しくは天井面、ブラインド、道路の防
 雪トンネルの内壁、照明灯の外面若しくは反射面、ま
 び、トンネルの内壁若しくは底部、プールサイドの床面、ま
 び、船舶の船底、外壁若しくはデッキ等であることがで

035] 本発明のコーティングは、有機ポリシロキサン化合物の重合物と炭素大焼を有さない酸化物半導体からなる膜を形成し、この膜の表面を、前記の水蒸気プラズマ処理等のガラス処理あるいはイオン注入すること、コーティングに含まれる酸化物半導体を炭素大焼を有する光触媒とすること、本発明のティング及び物品を得ることとできる。

036】本発明のコーティングは、例えば、防波堤岸のような露を生じる環境下にあっても、可視光を光照射下であれば、藻の発生を抑制でき可視光を含む光は、太陽光線または人工光線である

(7)

ことができる。人工光線源は、可視光を含む光を供給できるものであればよく、例えば、蛍光灯、白熱灯、ハロゲンランプからの光線であることができる。

[0037]

【実施例】以下、本発明を実施例によりさらに詳細に説明する。

【実施例1】

アナターゼ型二酸化チタン粉末(80メッシュ以下)10gを200mlの石英型反応管に収容した。この石英型反応管をプラズマ発生装置に接続し、系内を真空ポンプで排気した後、400Wの電磁波(2.45GHz)を反応管内のアナターゼ型二酸化チタン粉末に照射し、テスラコイルによってプラズマを発生させた。そして、H₂ガス(流量を30ml/分)を系内の圧力が約1トルとなるように導入した。反応管内のアナターゼ型二酸化チタン粉末を焼却しながら30分間処理した。なお、プラズマ処理系は、ガスを導入せず、かつポンプでの排気も断続した状態で真空度が1トル上昇するのに40分を要した。

[0038] 得られたアナターゼ型二酸化チタン粉末をX線光電子分光法(XPS)により、チタンの2p電子に帰属されるピーク(458.8eV(Ti2p3/2)及び464.6eV(Ti2p1/2))の面積とチタンと結合している酸素の1s電子に帰属されるピーク(531.7eV(O1s))の面積とを求めた。得られた面積比(O1s/Ti2p)は、1.91であった。尚、プラズマ処理しないアナターゼ型二酸化チタン粉末の面積比(O1s/Ti2p)は、2.00であった。また、この試料を1週間大気中に放置した後を上記と同様に測定した面積比(O1s/Ti2p)も、1.91であった。さらに、この試料の1ヵ月後の面積比(O1s/Ti2p)にも変化はなかった。また、上記プラズマ処理前の試料及び処理後の試料をX線回折試験に付し

[0041]
【発明の効果】本発明によれば、可視光活性を有する光触媒を有する防曇用コーティングを提供することができる。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁷ 識別記号

C04B 41/64

41/84

C09D 5/16

F1

C04B 41/64

41/84

C09D 5/16

「フーロ」(参考)

A

(8)

Fターム(参考) 4D050 AA01 AA06 AA08 AA10 AB06

BC06 EC09

4G028 CA01 CB08 CC03 CD02 CD04

4G069 AA03 AA08 BA00 BA03A

BA04A BA04B BA05A BA20A

BA22A BA22B BA48A BB04A

BB06A BC12A BC50A BC51A

BC52A BE32A BE32B CD10

EA07 EB18Y EB19 EC22X

EC27 FA03 FB44 FB68

4J038 DL021 DL031 HA216 HA446

JC32 KA04 NA05

10